

102 (b)

PAT-NO: JP405238855A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 05238855 A

TITLE: PRODUCTION OF CERAMIC COATING MEMBER

PUBN-DATE: September 17, 1993

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

FURUSE, YUTAKA

ENDO, YASUYUKI

TAKAHASHI, TOMONORI

KOBAYASHI, HIROMICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TOKYO ELECTRIC POWER CO INC:THE

N/A

NGK INSULATORS LTD

N/A

APPL-NO: JP04043578

APPL-DATE: February 28, 1992

INT-CL (IPC): C04B041/87, C04B041/80

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a method of producing a ceramic coating member having good adhesion between a ceramic substrate and the coating layer, excellent high-temperature strength and heat resistance and good oxidation resistance and corrosion resistance and high in reliability.

CONSTITUTION: The surface of a ceramic substrate consisting of a material selected from silicon carbide, silicon nitride or a silicon carbide-dispersed and strengthened silicon nitride composite material is subjected to mechanical processing, heat-treatment or chemical treatment so that ten point average roughness (Rz) as surface roughness may be  $\geq 1.5 \mu\text{m}$  and average roughness of center line (Ra) may be  $\geq 0.2 \mu\text{m}$  and then at least one kind of material selected from alumina, mullite, zircon, zirconia and yttria is subjected to plasma spray coating onto the surface of the substrate so as to give

2C

$\gamma\text{-}\text{Al}_2\text{O}_3$

$\geq 50\mu\text{m}$  thickness of a ceramic coating layer to provide the objective ceramic coating member.

COPYRIGHT: (C)1993, JPO & Japio

(19)日本特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-238855

(43)公開日 平成5年(1993)9月17日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B	41/87	P	7038-4G	
	41/80	A	7038-4G	
	41/87	K	7038-4G	
		T	7038-4G	
		S	7038-4G	

審査請求 未請求 請求項の数2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-43578

(22)出願日 平成4年(1992)2月28日

(71)出願人 000003687

東京電力株式会社

東京都千代田区内幸町1丁目1番3号

(71)出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(72)発明者 古瀬 裕

東京都調布市西つつじヶ丘2丁目4番1号

東京電力株式会社技術研究所内

(72)発明者 遠藤 康之

東京都調布市西つつじヶ丘2丁目4番1号

東京電力株式会社技術研究所内

(74)代理人 弁理士 服部 雅紀

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 セラミックコーティング部材の製造方法

(57)【要約】

【目的】 セラミック基材とその被覆層の密着性が良好となり、高温強度、耐熱性に優れ、耐酸化性、耐食性が良好な、信頼性の高いセラミックコーティング部材の製造方法を提供する。

【構成】 基材の材料を炭化珪素、窒化珪素または炭化珪素分散強化窒化珪素複合材から選択し、表面粗さとして十点平均粗さ(記号R<sub>z</sub>)が1.5μm以上、かつ中心線平均粗さ(記号R<sub>a</sub>)が0.2μm以上になる程度に基材の表面を機械加工、熱処理または化学的処理し、次いで基材の表面にアルミナ、ムライト、ジルコン、ジルコニア、イットリアから選択される少なくとも1種以上をプラズマ溶射する。プラズマ溶射により得られるセラミックコーティング層の層厚は50μm以上とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材の材料を炭化珪素、窒化珪素または炭化珪素分散強化窒化珪素複合材から選択し、表面粗さとして十点平均粗さ（記号Rz）が $1.5\mu\text{m}$ 以上、かつ中心線平均粗さ（記号Ra）が $0.2\mu\text{m}$ 以上になる程度に基材の表面を機械加工、熱処理または化学的処理し、次いで基材の表面にアルミナ、ムライト、ジルコン、ジルコニア、イットリアから選択される少なくとも1種以上をプラズマ溶射することを特徴とするセラミックコーティング部材の製造方法。

【請求項2】 前記プラズマ溶射により得られるセラミックコーティング層の層厚を $50\mu\text{m}$ 以上とすることを特徴とする請求項1に記載のセラミックコーティング部材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はセラミックコーティング部材の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来より、高温で過酷な条件下で使用される高温構造材料としては、炭化珪素、窒化珪素等のセラミック材料が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような炭化珪素あるいは窒化珪素等の高温耐熱材料といえども、これらの材料が高速の流速をもつ燃焼ガスに晒されると高温酸化、高温腐食等により部材が減肉されることが多い。このため、高速の流速をもつ燃焼ガスに晒される部材については、耐久性を向上するために耐酸化性を向上させることが最大の課題である。

【0004】この課題解決のため高温耐熱材料の基材表面に酸化物セラミックスを表面被覆する方法が提案されるが、この方法によると、基材の表面状態により酸化物セラミックスを被覆できなかったり、被覆できても高温での使用により短時間で剥離することがある。本発明の目的は、セラミック基材と被覆層の密着性が良好となり、高温強度、耐熱性に優れ、耐酸化性、耐食性が良好な、信頼性の高いセラミックコーティング部材の製造方法を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】前記目的を達成するための本発明によるセラミックコーティング部材の製造方法

は、基材の材料を炭化珪素、窒化珪素または炭化珪素分散強化窒化珪素複合材から選択し、表面粗さとして十点平均粗さ（記号Rz）が $1.5\mu\text{m}$ 以上、かつ中心線平均粗さ（記号Ra）が $0.2\mu\text{m}$ 以上になる程度に基材の表面を機械加工、熱処理または化学的処理し、次いで基材の表面にアルミナ、ムライト、ジルコン、ジルコニア、イットリアから選択される少なくとも1種以上をプラズマ溶射することを特徴とする。

【0006】前記十点平均粗さ（記号Rz）を $1.5\mu\text{m}$ 以上にし、かつ前記中心線平均粗さ（記号Ra）を $0.2\mu\text{m}$ 以上としたのは、これらの値未満であると、基材の表面にアルミナ、ムライト、ジルコン、ジルコニアまたはイットリアを強固に耐久性よく被覆することが困難になるからである。前記プラズマ溶射により得られるセラミックコーティング層の層厚は $50\mu\text{m}$ 以上とすることが好ましい。前記セラミックコーティング層の層厚を $50\mu\text{m}$ 以上としたのは、高速の燃焼ガス等に接触するような過酷な使用条件下では、前記セラミックコーティング層の層厚が $50\mu\text{m}$ 未満であると、長期間の使用における信頼性に問題があるからである。

## 【0007】

【作用】本発明のセラミックコーティング部材の製造方法によると、コーティング前のセラミック基材の表面を適正な面粗さにし、この粗面化された基材表面にプラズマ溶射による被覆層を形成するため、セラミック基材と被覆材の密着性が良好となり信頼性の高いセラミックコーティング部材を製作できる。

## 【0008】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明する。B<sub>4</sub>C、Cを添加物とする炭化珪素焼結体（実施例1～5、比較例1～5）、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加物とする窒化珪素焼結体（実施例6～10、比較例6～10）、およびY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加物とする窒化珪素を母材とし強化材として炭化珪素粒子あるいはウィスカーを添加した複合焼結体（実施例11～15、比較例11～15）を基材に用い、基材表面粗さと酸化物被覆層の密着性について調べた。試験片形状は幅4mm、高さ3mm、長さ40mmである。

【0009】詳細は下記表1に示す。

40 【0010】

【表1】

区分	基材	基材の表面粗さ ( $\mu\text{m}$ )		溶射材	被覆層の付着状態	耐熱サイクルによる密着性
		Rz	Ra			
実施例 1	炭化珪素	1.7	0.2	アルミナ	良好	良好
実施例 2	炭化珪素	1.7	0.2	ムライト	良好	良好
実施例 3	炭化珪素	1.7	0.2	ジルコン	良好	良好
実施例 4	炭化珪素	1.7	0.2	ジルコニア	良好	良好
実施例 5	炭化珪素	1.7	0.2	イットリア	良好	良好
実施例 6	窒化珪素	1.6	0.2	アルミナ	良好	良好
実施例 7	窒化珪素	1.6	0.2	ムライト	良好	良好
実施例 8	窒化珪素	1.6	0.2	ジルコン	良好	良好
実施例 9	窒化珪素	1.6	0.2	ジルコニア	良好	良好
実施例 10	窒化珪素	1.6	0.2	イットリア	良好	良好
実施例 11	複合材	12.0	2.2	アルミナ	良好	良好
実施例 12	複合材	12.0	2.2	ムライト	良好	良好
実施例 13	複合材	12.0	2.2	ジルコン	良好	良好
実施例 14	複合材	12.0	2.2	ジルコニア	良好	良好
実施例 15	複合材	12.0	2.2	イットリア	良好	良好
比較例 1	炭化珪素	0.7	0.1	アルミナ	不良	—
比較例 2	炭化珪素	0.7	0.1	ムライト	不良	—
比較例 3	炭化珪素	0.7	0.1	ジルコン	不良	—
比較例 4	炭化珪素	0.7	0.1	ジルコニア	不良	—
比較例 5	炭化珪素	0.7	0.1	イットリア	不良	—
比較例 6	窒化珪素	1.1	0.1	アルミナ	良好	不良 (剥離)
比較例 7	窒化珪素	1.1	0.1	ムライト	良好	不良 (剥離)
比較例 8	窒化珪素	1.1	0.1	ジルコン	良好	不良 (剥離)
比較例 9	窒化珪素	1.1	0.1	ジルコニア	良好	不良 (剥離)
比較例 10	窒化珪素	1.1	0.1	イットリア	良好	不良 (剥離)
比較例 11	複合材	1.1	0.1	アルミナ	良好	不良 (剥離)
比較例 12	複合材	1.1	0.1	ムライト	良好	不良 (剥離)
比較例 13	複合材	1.1	0.1	ジルコン	良好	不良 (剥離)
比較例 14	複合材	1.1	0.1	ジルコニア	良好	不良 (剥離)
比較例 15	複合材	1.1	0.1	イットリア	良好	不良 (剥離)

表1中、実施例1～5は、大気中、温度1400℃で10時間の熱処理を行った。実施例6～10は、70℃のHF中で1時間エッチング処理を行った。実施例11～15は、#36炭化珪素砥粒50wt%と#36アルミナ砥粒50wt%の混合砥粒でサンドブラスト処理を行った。

【0011】比較例1～5の基材は、炭化珪素で焼成面を#140ダイヤモンド砥石で機械加工した加工面である。比較例6～10の基材は、窒化珪素で加工後、大気中、温度1300℃で1時間熱処理を行った。比較例11～15の基材は複合材で加工後、大気中、温度1300℃で1時間熱処理を行った。前記実施例1～15および比較例1～15の基材に、アルミナ、ムライト、ジルコン、ジルコニア、イットリアの酸化物被覆層が約100 $\mu\text{m}$ の厚さになるようにプラズマ溶射により形成した。プラズマ溶射により形成された酸化物被覆層の付着状態および室温と1400℃間の加熱、冷却の繰り返しによる耐熱サイクル特性を測定評価した。その結果は表1に示すとおりである。

【0012】① 被覆テスト (酸化物被覆状態評価) \*50

\*表1において、被覆層の付着状態は基材の表面に酸化物被覆層が均一に被覆されているかを目視により評価した。その結果、実施例1～15および比較例6～15については、酸化物被覆層の付着状態は良好であった。比較例1～5については酸化物被覆層が基材の一部にのみ付着しただけで被覆不能であった。基材の表面粗さが細かいと酸化物を被覆するのが困難であることが明らかとなった。

【0013】② 負荷テスト (耐熱サイクル評価)

40 基材と酸化物被覆の密着性は室温と1400℃との間の加熱、冷却の繰り返しによる耐熱サイクルを行い、サイクル1回毎に光学顕微鏡にて基材と被覆層界面を観察した。その結果、実施例1～15は室温と1400℃との間の20回の加熱、冷却の繰り返しでも基材と被覆層界面には剥離が生じなかった。比較例6～15は室温と1400℃との間の1回の加熱、冷却の繰り返しで基材と被覆層界面に剥離が生じた。基材の表面粗さは適正な表面粗さでないと耐熱サイクルに耐えられないことが明らかとなった。

【0014】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のセラミックコーティング部材の製造方法によれば、セラミック基材の表面を適正な面粗さにし、プラズマ溶射により基材の表面にアルミナ、ムライト、ジルコン、ジルコニア、イットリアから選択される少なくとも1種以上の被覆層

を形成するため、セラミック基材と酸化物被覆層の密着性および耐熱サイクル特性が良好になるので、高温で十分に耐え、高温での酸化性、腐食性が良好で信頼性の高いセラミックコーティング部材を製作できるという効果がある。

---

フロントページの続き

(72)発明者 高橋 知典  
愛知県知多市新舞子字北畑151番地

(72)発明者 小林 廣道  
三重県四日市市浮橋1丁目11番地の1